

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 63066563  
PUBLICATION DATE : 25-03-88

APPLICATION DATE : 09-09-86  
APPLICATION NUMBER : 61210536

APPLICANT : TOYO INK MFG CO LTD;

INVENTOR : IIDA YASUHARU;

INT.CL. : G03G 9/08

TITLE : POWDERY TONER

ABSTRACT : PURPOSE: To obtain the titled toner capable of reducing heat energy necessary for fixing the toner by using a low mol.wt. ester compd. having a m.p. of a specific range as a binding agent of the titled toner.

CONSTITUTION: The binding agent of the titled toner is composed of the low mol.wt. ester compd. having the m.p. of 50~150°C. Said compd. is obtd. by effected a condensation reaction of a monovalent or a polyvalent carboxylic acid and a monohydric alcohol, or the monovalent carboxylic acid and the polyvalent alcohol, and has preferably the mol.wt. of  $\leq 1,500$ . The titled toner is obtd. by mixing said ester compd., a coloring agent, and a charge controller, etc., in a molten state, grinding, followed by classifying. The ester compd. is useful for the binder of the flash fixing toner, as the viscosity of the ester compd. suddenly reduces at the m.p. thereof. The compd. may be used in order to reduce the fixing temp. by adding said compd. to an another binder resin.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

## ⑪ 公開特許公報(A)

昭63-66563

⑫ Int. Cl.

G 03 G 9/08

識別記号

3 2 1

庁内整理番号

7381-2H

⑬ 公開 昭和63年(1988)3月25日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全1頁)

⑭ 発明の名称 粉体トナー

⑮ 特 願 昭61-210536

⑯ 出 願 昭61(1986)9月9日

⑰ 発 明 者 窪 埴 恵 介 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内  
 ⑱ 発 明 者 田 中 恒 雄 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内  
 ⑲ 発 明 者 大 橋 正 人 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内  
 ⑳ 発 明 者 飯 田 保 春 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内  
 ㉑ 出 願 人 東洋インキ製造株式会社 東京都中央区京橋2丁目3番13号

## 明 細 書

## 1. 発明の名称 粉体トナー

## 2. 特許請求の範囲

1. 少なくとも着色剤と結着剤の結着剤とを含んでなる粉体トナーにおいて、結着剤として融点が50～150℃の低分子置エステル化合物を用いることを特徴とする上記粉体トナー。
2. 低分子置エステル化合物の分子量が1500以下である特許請求の範囲第1項記載の粉体トナー。
3. 低分子置エステル化合物が1分子中に1個ないし4個のエステル基を有する化合物である特許請求の範囲第1項記載の粉体トナー。
4. 低分子置エステル化合物が、1個もしくは多価カルボン酸と1価アルコールまたは1価カルボン酸と多価アルコールを縮合反応することにより得られるものである特許請求の範囲第1項記載の粉体トナー。

## 3. 発明の詳細な説明

(発明の目的)

(産業上の利用分野)

本発明は電子写真、イオノグラフィー等における静電潜像を乾式現像するための熱塑性粉体トナーに関し、特にフラッシュ定着、オープン定着、熱圧ロール定着における低温度定着等に対応する粉体トナーに関する。

(従来の技術)

従来、乾式現像法としては、トナー粒子にキャリア粒子、すなわち、ガラスビーズもしくは磁性物を混合した二成分系の現像剤を使用する方法、およびトナー粒子自体に磁性を付与した一成分系トナーを用いる方法があり、さらには最近では熱塑性性に優れた非磁性一成分系トナーを用いる方法などが提案されている。

これらのトナーを製造する方法としては、顔料、染料等の着色剤、結着剤、電荷制御剤、必要に応じて磁性粉等を加熱、溶融状態にて混練して均一な組成物とし、これを冷却後、粉碎、分級する。

結着剤は、トナー中の顔料成分を粒子中に結着し、着色剤を目的とする記録媒体(紙等)への定着する機能を有する。結着剤の主成分は、ポリスチレン系樹脂、ポリエステル系樹脂、エポキシ樹脂、ポリ

アクリル酸エステル系樹脂、ポリエチレン樹脂等の熱可塑性樹脂であり、場合によってはこれらの熱可塑性樹脂にパラフィン、マイクロクリスタリンなどのワックス状物質を配合して用いる。

粉体トナーの定着方法としては、オープン定着、フラッシュ定着、溶剤定着、熱圧定着、圧力定着等種々の方式が知られており、それぞれの定着方法に対して好ましい粘着剤が適宜選択されている。現在、定着方式で主流になっているのは熱圧ロール定着方式であり、この方式は高温で加圧された2本のロール間に印字物を通し、熱と圧力を用いて記録媒体にトナーを定着するものである。熱圧ロール定着方式は、定着性能が良好で、オープン定着のような紙づまり時の発火の危険が無いという利点の反面、スイッチを入れてからのウォーミングアップ時間が長い、加熱による消費電力が大きく家庭での使用に向かない、断続的に使用する場合でもスイッチを入れたままにしておかなければならない等の欠点がある。ウォーミングアップ時間短縮に関してはフラッシュ定着、溶剤定着、圧力定着法が提案されているが、それぞれ定着性不足、溶剤臭気の問題、汚泥の発生

と定着性不足で未だ満足のいくものとはなっていないのが現状である。

(菊明が解決しようとする問題点)

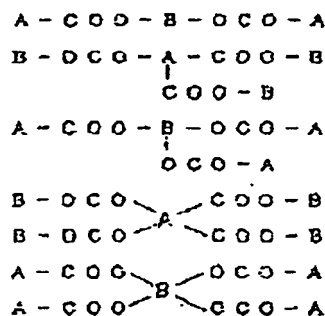
本発明者等は上記熱圧ロール定着方式における加熱ロールの低温化およびフラッシュ定着、オープン定着に適するトナー材料の探索を鋭意検討したところ、従来知られていなかった新しい材料を用いることによってトナーの定着に要する熱エネルギーを著しく低減できることを見出した。

(發明の概略)

(問題を解決するための手段)

すなわち、本発明は、少なくとも着色剤と顔料とを含有する顔料トナーにおいて、顔料として融点が50℃以上150℃以下の低分子置エステル化合物を使用することを特徴とする上記顔料トナーである。

本発明の低分子量エステル化合物の概念は、例えば、下記一般式で表されるが、必ずしもこのような構造に限定されるものではない。



(上記一般式において、Aはカルボン酸残基を表し、Bはアルコール残基を表す。式中、A、Bは、同一であっても異なる残基であってもよい。)

木型物の低分子エステル化合物は、1価もしくは多価カルボン酸と1価アルコールまたは1価カルボン酸と多価アルコールを縮合反応することにより得られるものである。

上記アルコールとしてはメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブチルアルコール等の炭素数が1～20程度の脂肪族飽和アルコール、アリルアルコール、シクロブチルアルコール等の炭素数が20程度までの脂肪族不飽和アルコール、

さらにシクロペンタノール、シクロヘキサノール等の脂環式アルコール、シンナミルアルコール等のベンジルアルコール等の芳香族アルコール、フルフリルアルコール等の複環式アルコール等が使用できる。また、エチレンジグリコール、ヘキサメチレンジグリコール等二価アルコールも使用できる。

上記カルボン酸としては、酢酸、酢酸、プロピオン酸等飽和脂肪酸が使用できるが、炭素数が少ない場合、分子量の大きいアルコールもしくは多価アルコールとのエステルである必要があり、分子量の小さなアルコールに対してはウンデシル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ステアリン酸等炭素数が10以上であることが望ましい。他にカルボン酸としてはマレイン酸、アクリル酸、クロトン酸、オレイン酸、エライジン酸、セトレイン酸、ブラシジン酸、ソルビン酸等の不飽和脂肪酸、安息香酸、サリチル酸、フタル酸、チレフタル酸、ケイ皮酸、アントラニル酸等芳香族カルボン酸とその誘導体等広く選択でき、

本発明におけるエステル化合物は、エステル化反応は一般に知られているように有機溶剤中で加熱するが、無溶剤で加熱してもよい。

本発明の熱溶融性エステル化合物は、分子量としては1500以下程度であり、したがって、実質上単一の分子量の化合物として取り出すことができるということによって特徴づけられる。ここで、実質上単一の分子量ということに、目的とする化合物中に不純物としての未反応物もしくは分子内に反応数の多いアルキル基等が入っている場合にその直鎖の長さが1~2個程度増減したものが混入する程度である。また、本発明の熱溶融性エステル化合物は、多くの場合結晶性の化合物として得られるということによって特徴づけられる。分子量が1500以上になると融点が150℃より高くなって、本発明の目的を達成できない場合がある。

本発明のエステル化合物は、融点が50~150℃の範囲にあり、加熱すると融点温度において速やかに溶融し、かつ結晶が急激に低下するという特性を有しているため、粉体トナーの記録媒体に定着の際、極めてわずかな熱エネルギーで定着することができる。融点が50℃より低いと貯蔵時における温度の影響を受けやすく、150℃より高いと粉体トナーの定着性が低くなるので好ましくない。

本発明の増体トナーは、熱溶融性エステル化合物、

ザボンシュバルツX、セレスシュバルツRG、銅フタロシアニン染料などの染料、合金染料があり、その他C.I.ソルベントブラック1、2、3、5、7、C.I.アシッドブラック123、22、23、8、42、43、オイルブラック(C.I.6150)、スピロンブラックなどの染料、第4級アンモニウム塩、テフテン陰金属塩、脂肪酸もしくは炭酸塩の金属石ケン、コロイダルシリカ等がある。

磁性粉としては、各種のフェライト、マグネサイト、ヘマタイト等の鉄、亜鉛、コバルト、ニッケル、マンガン等の合金もしくは化合物等を使用することができるが、その磁気的性質としては5K Oeの磁場下における飽和磁化70 emu/g以上、保持力200 Oe以下のものが特に好ましい。これらの磁性粉は結晶形（立方晶、正八面体、針状等）、不定形、球形、米粒状形等すべて使用できる。また、目的によっては分級したものであってもよいし、自体公知の炭素処理、例えば疎水処理あるいはシリカカップリング処理等を施したものであってもよい。

以下実施例によって本発明を詳細に説明する。実施例中の「部」はすべて「重量部」を意味する。

着色剤、電荷制御剤、磁性粉等を溶解混合し粉砕、分級することによって得られる。

着色剤としては、染料・顔料でありこれに限る必然性は無いが、例示すると以下のようなものがある。  
黄色顔料・染料

亜鉛黄、黄色酸化鉄、ハンザイエロー、ジスフズエロー、キノリンエロー、パーマネントエロー。

赤色顔料・染料

ベンガラ、パーマネントレッド、リゾールレッド、ピラゾロンレッド、ウエッチャンレッドCo塩、ウエッチャンレッドNa塩、レーキレッドC、レーキレッドB、ブリリアントカーミン6B、ブリリアントカーミン3B。

青色顔料・染料

紺青、フタロシアニンブルー、無金属フタロシアニン。

この他に、必要により黒々、灰色、緑色などの有色顔料、酸化チタン、オイルブラックのような白色、黒色の顔料もしくは染料を使用することができる。

電荷制御剤としては、フェットシェバムツ-HBN、ニグロシンベース、ブリリアントスピリット。

#### 実施例 1

下記の名義成分から成るトナー原料をスーパーミキサーにて予備混合した。

(組成 1)

エステル化合物A (注1)	10部
スチレン-アクリル共重合樹脂 (日本カーバイド工業製、NC-S159)	52部
磁性粉 (戸田工業製、EPT500)	35部
カーボンブラック (キャボット社製、Mogel-L)	2部
電荷制御剤 (保土谷化学製、スピロンブラックTRE)	1部

注1) エステル化合物Aはヘプタデシルアルコールのフタル酸モノエステル。分子量390；融点67℃。DSC規定による（以下も同じ）。

これを2種押出溶解攪拌にて加熱溶解混練し、冷却後衝突式気流粉砕機 (日本エューマチック工業製、ラボジエット) にて粉砕し、気流分級機にて粒度を調整し、平均粒子径13.4 μm (コールクーカウンター-TA-II型による) のトナーを得た。さらにトナ

ー100部に対し、0.3部のコロイダルシリカ（日本アエロジル製、R-972）を添加し、市販の複写機（キヤノン製NP-300Z）にて印字し未定着画像を取り出した。

また比較例としてエステル化合物Aを含まずステレン-アクリル共重合樹脂（日本カーバイド製、NC-6159）を62部とし、以下は全く組成1と同じ組成（組成2）で同様な手順により平均粒子径13.4μmのトナー粒子を得、同様に未定着画像を得た。

これらを温度調整可能な熱圧ロールにて定着したところ、同様な定着強度を得るのに組成1で150℃であったのに対し組成2では170℃であった。

#### 実施例 2

平均粒子径1.5μmのガラスビーズが容積で60%充填された5リットルのサンドミル中に予備混合した下記の各々の組成物をギヤポンプによって2リットル分の速度で仕込みサンドミルを20m/秒の速度で回転して混練を5回繰り返し、次の組成のトナー原料を試作した。

エステル化合物A

58部

磁性粉（戸田工業製、EPT500）

35部

カーボンブラック（キヤボット社製、Mogul-L）

2部

電荷制御剤（オリエント化学製、JMNTRON101）

5部

ジクロルメタン

140部

上記トナー原料をスプレードライヤー（ヤマト科学製、バルビスGA-31）にて熱風乾燥し、気流分級機にて粒度を調節して平均粒子径12.8μm（コールターカウンター、TA-II型による）のトナー粒子を得た。これにトナー100部に対し、0.3部のプラス荷電性コロイダルシリカを添加し、市販の複写機（キヤノン製NP-150Z）にて印字し未定着画像を取り出した。これを通常のフラッシュ光にて露光したところ、紙への透過性、定着性共に極めて良好な印字物を得た。

#### 実施例 3

実施例2においてエステル化合物Aに代えてオクタデカンのジカルボン酸塩ジメチルエステル（分子量370；融点66℃）を用いた他は実施例2と同様にしてトナー粒子を得、以下実施例2と同様にし

て印字、定着したところ実施例2とほぼ同様の良好な結果を得た。

#### 実施例 4

実施例2においてエステル化合物Aに代えてベンタエリスリットラステアレート（分子量1200、融点55℃）を用いた他は実施例2と同様にしてトナー粒子を得、以下実施例2と同様にして印字、定着したところ実施例2とほぼ同様の良好な結果を得た。

#### （発明の効果）

本発明の粉体トナーは融点が50～150℃の低分子量エステル化合物を粘着剤として使用しているので、粉体トナーの定着の際、融点温度において速やかにエステル化合物が熔融し、かつ粘度が急激に低下するので、フラッシュ定着用粉体トナーの粘着剤として有用である。

また、従来の粘着剤として用いられている高分子量樹脂に添加することにより、定着に要する温度を低下させることができるので、省エネルギー化に貢献するものである。

また、低分子量エステル化合物の融点は50℃以

上であるので、高温での貯蔵安定性および耐ブロッキング性にも優れる。

特許出願人

東洋インキ製造株式会社

XP-002296870

(C) WPI/Derwent

AN - 1988-122822 [18]  
 AP - JP19860210536 19860909  
 CPY - TOXW  
 DC - E19 G08 P84 S06  
 FS - CPI;GMPI;EPI  
 IC - G03G9/08  
 MC - E10-C02 E10-C04F E10-E04G E10-E04K E10-G02F E10-G02G E10-G02H G06-G05  
 - S06-A04C1  
 M3 - [01] F012 F019 F111 F199 G010 G011 G012 G013 G019 G030 G039 G100 G553  
 G563 G599 H100 H101 H141 H142 H143 H401 H402 H403 H404 H441 H442 H443  
 H444 H714 H716 H721 H722 H723 H724 H725 J0 J011 J012 J013 J014 J2 J231  
 J232 J261 J262 J271 J272 J273 M123 M129 M136 M139 M210 M211 M212 M213  
 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M262  
 M272 M280 M281 M282 M283 M311 M312 M313 M314 M315 M316 M320 M321 M322  
 M323 M331 M332 M333 M334 M342 M343 M344 M372 M373 M382 M383 M391 M392  
 M393 M413 M414 M415 M416 M510 M520 M521 M522 M523 M530 M531 M532 M533  
 M540 M541 M542 M543 M620 M781 M903 M904 Q347 R036; 8818-C7901-U;  
 3102-R 1678-D  
 PA - (TOXW ) TOYO INK MFG CO  
 PN - JP63066563 A 19880325 DW198818 004pp  
 PR - JP19860210536 19860909  
 XA - C1988-055151  
 XIC - G03G-009/08  
 XP - N1988-093065  
 AB - J63066563 Toner includes at least a colouring agent and a binder. The  
 binder is ester cpd. (I) of low mol. wt. and having m. pt. 50-150 deg.  
 C. The mol. wt. of (I) is not more than 1500. (I) has 1-4 ester gps.  
 per molecule.  
 - (I) is obtd. by condensation of mono- or polyvalent carboxylic acid  
 and monohydric alcohol, or of monovalent carboxylic acid and  
 polyhydric alcohol.  
 - USE/ADVANTAGE - The ester cpd. is melted fast at melting point in  
 fixing process, and the viscosity is suddenly lowered, so that it can  
 be effectively used as binder. The storage properties and antiblocking  
 properties of the toner at high temp. can be improved.(0/0)  
 CN - 8818-C7901-U  
 DRL - 3102-R 1678-D  
 IW - POWDER TONER COMPOSITION CONTAIN LOW MOLECULAR WEIGHT ESTER  
 COMPOUND  
 BIND  
 IKW - POWDER TONER COMPOSITION CONTAIN LOW MOLECULAR WEIGHT ESTER  
 COMPOUND  
 BIND  
 NC - 001  
 OPD - 1986-09-09  
 ORD - 1988-03-25  
 PAW - (TOXW ) TOYO INK MFG CO  
 TI - Powder toner compsn. - contg. low mol.wt. ester cpd. as binder

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**